

Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Ferit Menggunakan Pasir Besi dan Batu Kapur

Mastuki, Malik A Baqiya, dan Darminto

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: darminto@physics.its.ac.id

Abstrak— Sintesis Kalsium Ferit telah dilakukan dengan metode pencampuran basah menggunakan Fe_2O_3 hasil sintesis dari pasir besi dan CaCO_3 dari batu kapur alam. Dalam penelitian ini digunakan variasi suhu sinter, variasi waktu sinter dan variasi perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan DTA/GTA, XRD dan SEM-EDX. Sampel dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 pada pemansan 800°C selama 3 jam menghasilkan 100% Ca-Fe-O dengan 28,81% CaFe_4O_7 , 24,57% $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan 46,62% $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$. Pada sampel variasi suhu sinter dan variasi waktu sinter sampel dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12 tidak mengalami perubahan yang signifikan. Namun, hasil perbandingan dari ketiga variasi menunjukkan terbentuknya Fe_2O_3 tertinggi pada suhu sinter 900°C .

Kata Kunci— Kalsium Ferit, Pencampuran Basah, pasir Besi, Batu kapur.

I. PENDAHULUAN

SEJALAN dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, mau tidak mau harus didukung dengan sumber daya alam manusia, sarana dan prasarana pendukung yang terkait di dalamnya, tentunya termasuk fasilitas peralatan dan kebutuhan bahan baku. Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi di bidang material maju menjadi perhatian para ilmuwan karena keunikan sifat-sifatnya, seperti: dielektrik, feroelektrik, piezoelektrik, feromagnetik, superkonduktor dan lainnya.

Magnet ferit merupakan jenis magnet yang disintesis dengan menggunakan bahan dasar oksida. Hal yang cukup menggembirakan adalah bahwa bahan alamiah besi oksida terdapat secara melimpah di Indonesia, salah satu contohnya adalah dalam bentuk pasir besi. Dalam pasir besi terkandung beberapa anggota besi oksida seperti Fe_3O_4 , Fe_2O_3 dan $(\text{Ni}, \text{Zn})\text{Fe}_2\text{O}_3$ [1].

Magnet permanen ferit dapat dibedakan menjadi dua kelompok utama, yaitu magnet keramik-*selfbonding* dan magnet agen (pengikat). Salah satu jenis ferit yang laku secara komersial adalah Barium Ferit ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) dan Stronsium Ferit ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$). Serbuk ferit jenis ini dapat disintesis dengan cara mencampur Hematit (Fe_2O_3) dengan Barium Karbonat (BaCO_3) atau Stronsium Karbonat (SrCO_3) [2]. Magnet ferit jenis ini dikenal dengan *M-type hexaferrite*. *M-type hexaferrite* merupakan material magnetik dengan rumus kimia $\text{AFe}_{12}\text{O}_{19}$ dengan $\text{A} = \text{Ba}, \text{Sr}$ dan Pb . *M-type hexaferrite*, misalkan Barium Heksaferit, merupakan material ferromagnetik

yang umumnya digunakan pada media perekam dengan frekuensi tinggi dan akhir-akhir ini dikembangkan sebagai material pelapis pesawat anti radar. Barium Heksaferit memiliki stabilitas kimia yang baik, sifat kekerasan yang bagus dan memiliki nilai kersivitas yang tinggi [3].

Di sisi lain, selain pasir besinya yang melimpah, Indonesia juga kaya akan batuan yang sebagian besar terkandung Kalsium Karbonat (CaCO_3) yang dikenal dengan batu kapur. Kalsium sendiri merupakan unsur yang satu golongan dengan barium dan stronsium. Kesamaan tersebut memungkinkan dapat disintesisnya Kalsium Ferit yang akan menjadi calon bahan magnet permanen dengan biaya rendah.

Dengan mempertimbangkan jumlah pasir besi dan batu kapur yang melimpah, dan belum dimanfaatkan secara optimal, sementara peluang bahan tersebut diolah menjadi bahan industri terbuka lebar, maka dalam penelitian ini penulis melakukan penelitian yang berorientasi pada pengolahan sumber daya alam Indonesia yaitu pasir besi dan batu kapur, dengan pertimbangan bahwa dari bahan-bahan tersebut akan dapat disintesis Kalsium Ferit.

Material Kalsium Ferit merupakan material jenis keramik yang terbuat dari campuran Ca oksida dan Fe oksida. Ada beberapa bentuk fase dari Kalsium Ferit ini seperti CaFeO_3 , CaFe_2O_4 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$, CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_4\text{Fe}_9\text{O}_{17}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$ [4]. Kalsium Ferit diaplikasikan pada *optical memory devices*, *manetoplumbite structure*, biomaterial dan industri baja. Kalsium Ferit CaFe_4O_7 dikembangkan untuk mencapai suatu material mineral besi. Namun, untuk mendapatkan CaFe_4O_7 dalam bentuk mineral besi terdapat kendala. CaFe_4O_7 cenderung mudah membentuk material keramik [5].

Penelitian mengenai Kalsium Ferit telah lama dilakukan. Salah satunya $\text{Ca}_2\text{F}_2\text{O}_5$. $\text{Ca}_2\text{F}_2\text{O}_5$ disebut sebagai material tipe-p termoelektrik yang baru-baru ini diteliti oleh Emily dari USA. $\text{Ca}_2\text{F}_2\text{O}_5$ memiliki struktur tetrahedral dengan grup ruang pnma . $\text{Ca}_2\text{F}_2\text{O}_5$ ini disintesis dengan mencampur CaCO_3 dan Fe_2O_3 yang disinter pada suhu 1573K [6].

Dalam penelitian ini, metode sintesis yang digunakan adalah metode kopresipitasi dan metode pencampuran. Metode kopresipitasi adalah pembentukan suatu materi dengan cara mengendapkan dalam larutan. Permasalahan yang sering muncul pada metode ini yaitu keikutsertaan mengendapnya pengotor yang tidak diinginkan sehingga mempengaruhi massa dan dikurangi dengan membiarkan lebih lama agar seluruh materi mengendap dengan sempurna atau dengan melarutkan kembali cuplikan lalu diendapkan lagi.

Metode pencampuran basah tidak jauh berbeda dengan metode kopresipitasi. Metode ini juga melalui proses kimiawi. Pada dasarnya, metode ini adalah melarutkan masing-masing sampel serbuk ke dalam HNO_3 kemudian hasil larutan dicampur hingga homogen. Campuran larutan yang telah homogen dijaga temperatur dan kecepatan pengadukan hingga campuran larutan tersebut mengerak membentuk padatan.

II. METODE PENELITIAN

A. Peralatan dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah gelas ukur, gelas beker, timbangan digital, ayakan, corong kecil, tissue, kertas saring, termometer, magnet permanen, oven untuk pengeringan, furnace sebagai alat pemanas, pengaduk magnetik (hot plate dan magnetic stirrer), DTA/TGA sebagai karakterisasi termal, difraktometer sinar-X (XRD) sebagai karakterisasi fase, SEM-EDX sebagai karakterisasi bentuk dan ukuran partikel, komposisi dan distribusi unsurnya.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir besi dari Blitar, batu kapur dari Tuban, aquades, larutan HCl 37%, larutan NH_4OH 80% dan larutan HNO_3 65%.

B. Prosedur Eksperimen

Fe_2O_3 disintesis dengan metode kopresipitasi. Pasir besi yang telah diekstrak dilarutkan dalam HCl 37% dan diaduk ± 650 rpm pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$ selama 1 jam dengan pengaduk magnetik. Setelah larutan terbentuk, dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring. NH_4OH ditambahkan dalam larutan ini sambil diaduk pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$ hingga timbul endapan. Endapan kemudian dicuci berulang-ulang dengan aquades hingga pH-nya 7. Endapan yang dihasilkan kemudian disaring, dikeringkan dan dikalsinasi pada temperatur 800°C selama 2 jam. Hasil kalsinasi dikopresipitasi kembali dengan alur eksperimen seperti sebelumnya hingga proses pengendapan dan tanpa kalsinasi kembali. Dari hal tersebut diharapkan dapat terbentuk $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

CaCO_3 disintesis dengan metode karbonasi. Batu kapur dikasini pada temperatur 900°C selama 6 jam menghasilkan CaO. CaO yang dihasilkan dilarutkan ke dalam aquades menghasilkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kemudian dikarbonasi hingga pH-nya 7. Endapan CaCO_3 yang dihasilkan disaring dan dikeringkan.

Kalsium ferit disintesis dengan metode pencampuran basah. Fe_2O_3 dan CaCO_3 hasil sintesis masing-masing dilarutkan dalam larutan HNO_3 dengan perbandingan mol $\text{Ca}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ adalah 1/12 dan 1/6. Kemudian larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dicampur hingga homogen. Setelah homogen, campuran larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dipanasi pada suhu $80-90^\circ\text{C}$ hingga seperti bubur dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 10 jam. Bubur campuran larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ yang telah kering, digerus hingga berbentuk serbuk.

Tahap selanjutnya adalah sintering, sintering dilakukan pada suhu 800°C , 900°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam, dan disintering pada suhu 800°C dengan pemanasan bertahap 3 jam dengan 3 kali tahap dan hasil precursor yang dihasilkan yaitu 800°C selama 3 jam, 800°C 6 jam dan 800°C

9 jam. Pemilihan suhu sinter ini berdasarkan hasil pengujian DTA/TGA dari hasil gumpalan yang telah dikeringkan. Maksud dari sintering ini untuk transformasi fase pembentukan Kalsium ferit.

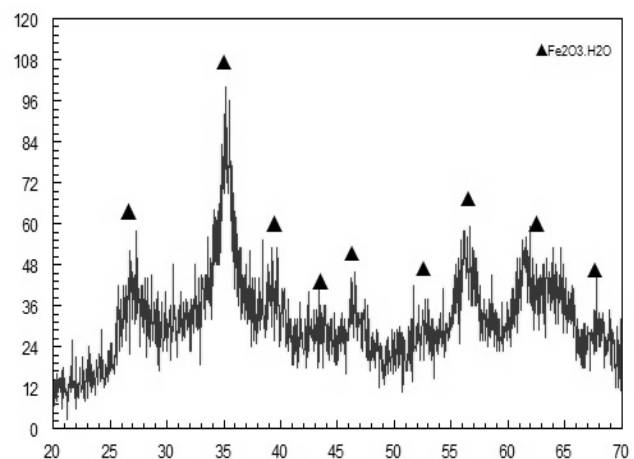
Tahap terakhir adalah karakterisasi. Precursor hasil sintering pada suhu 800°C , 900°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam, dan hasil sintering pada suhu 800°C dengan pemanasan bertahap 3 jam dengan 3 kali tahap dikarakterisasi komposisi fasenya dengan XRD. Kemudian karakterisasi ukuran, bentuk dan komposisi unsur partikel dengan uji SEM/EDX.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Analisa XRD $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ disintesis dengan metode kopresipitasi yang dihasilkan dari pemanasan Fe_3O_4 . Fe_3O_4 disintesis dari pasir besi Pantai Jolosutro Blitar. Pada proses pemanasan maka partikel-partikel dengan fase Fe_3O_4 mendapatkan energi termal. Semakin tinggi temperatur pemanasan, maka semakin tinggi pula energi termal yang diberikan sehingga atom-atom akan bergetar dan akan menyusun dirinya kembali. Transformasi fase dari magnetit menjadi hematit terjadi pada temperatur $< 300^\circ\text{C}$. Fase hematit mulai terbentuk pada suhu $> 320^\circ\text{C}$ sampai suhu tinggi Transformasi fase menjadi hematit berjalan lambat sampai temperatur $< 450^\circ\text{C}$. Pada suhu 500°C akan tercipta inti hematit dan akan tumbuh menjadi fase hematit dengan cepat. Pembentukan fase ini sangat cepat pada suhu $> 520^\circ\text{C}$ yaitu sekitar 70-90% sampel akan menjadi fase hematit dalam waktu 60 menit.

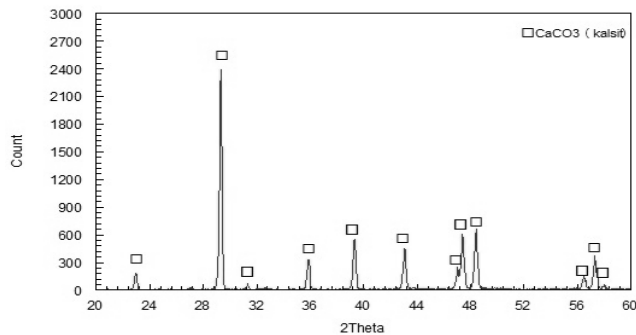
Kalsium Ferit menggunakan bahan dasar Fe_2O_3 . Namun, Fe_2O_3 hasil sintesis ini sukar larut dalam pelarut HCl maupun HNO_3 . Untuk mengatasi hal tersebut, dilakukan kopresipitasi ulang pada Fe_2O_3 yang dihasilkan. Dari hasil kopresipitasi ulang tersebut, dihasilkan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan komposisi fase $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 100%. Hasil kopresipitasi ini menghasilkan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang mudah larut dalam pelarut HNO_3 dan HCl. Hasilnya diberikan pada Gambar 1.



Gambar. 1. Pola XRD $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

B. Analisa XRD CaCO_3

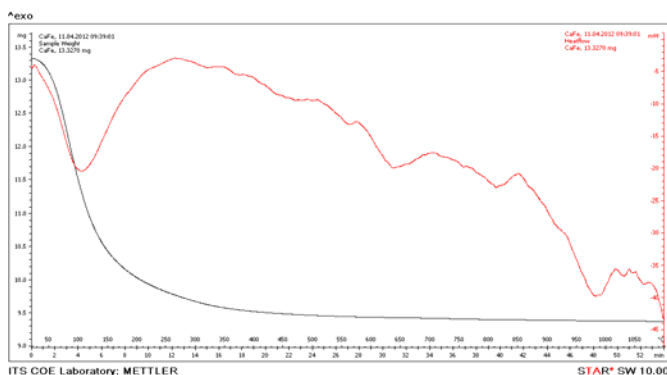
Hasil pengujian XRD CaCO_3 menunjukkan persentase fase CaCO_3 100%. Pada dasarnya, hasil pengujian XRD batu kapur yang digunakan pada penelitian ini sudah menunjukkan persentase fase CaCO_3 100%. Sintesis CaCO_3 ini dimaksudkan untuk memurnikan CaCO_3 dari unsur-unsur pengotornya dan memperkecil ukuran partikel CaCO_3 dengan harapan dapat cepat larut dan bereaksi dengan hematit.



Gambar. 2. Pola XRD CaCO_3

C. Analisa Kalsium Ferit

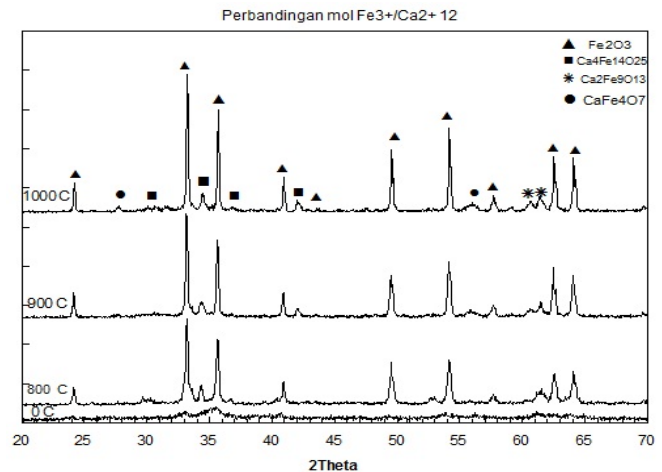
Hasil pengujian DTA/TGA dari sampel menunjukkan tidak terjadi perubahan temperatur yang mengindikasikan temperatur sinter ataupun kalsinasi. Hasil tersebut dimungkinkan karena peralatan uji DTA/TGA tepatnya sensor DTA yang digunakan merupakan sensor dari TGA. Pemilihan temperatur sinter pada penelitian ini berdasarkan hasil uji DTA/TGA untuk kalsium ferit metode kopresipitasi dan referensi jurnal Ca-Heksaferit dimana pada range 800°C hingga 1100°C terdapat adanya lembah (endoterm) pada kurva DTA dan pada jurnal referensi juga pada range suhu tersebut terbentuk Kalsium Ferit.



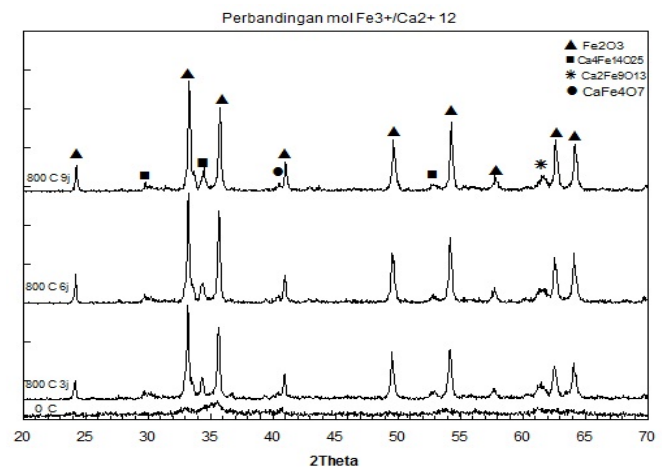
Gambar. 3. Kurva DTA/TGA Kalsium Ferit

Pada Gambar 3, pada awal mulai pemanasan hingga suhu $\pm 350^\circ\text{C}$ terjadi penurunan massa yang diikuti dengan endotermik pada kurva DTA. Hal tersebut mengindikasikan bahwa pada range suhu tersebut terjadi dehidrasi atau pelepasan kadar pelarutnya. Pada suhu 600°C hingga 1100°C terjadi endotermik dan eksotermik yang tidak diikuti dengan perubahan kurva TGA/ hal tersebut mengindikasikan bahwa terjadi transformasi fase pada sampel. Berdasarkan hal ini,

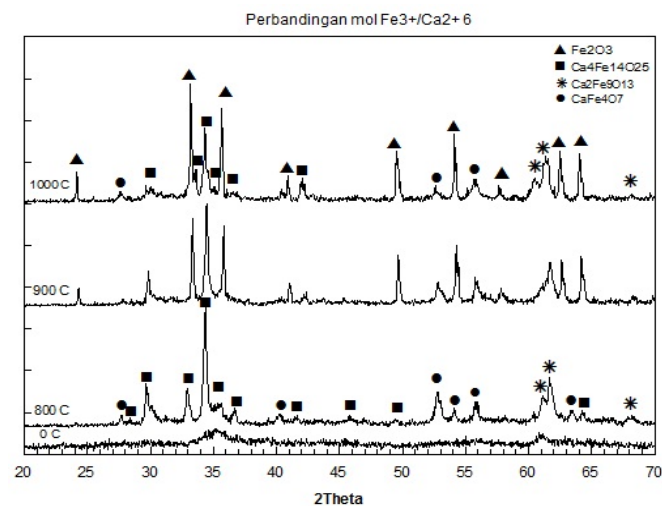
peneliti memilih temperatur 800°C-1000°C sebagai suhu sinter dari sampel.



Gambar. 4. Pola XRD Kalsum Ferit perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12 untuk suhu sintering 800°C, 900°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam



Gambar. 5. Pola XRD Kalsum Ferit Pola XRD Kalsum Ferit perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12 untuk suhu sintering 800°C selama 3 jam, 6 jam dan 9 jam



Gambar. 6. Pola XRD Kalsum Ferit perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 untuk suhu sintering 800°C, 900°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam

Tabel 1.
Hasil Perhitungan Fraksi Volume Campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3
Perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12

Suhu [°C]	Waktu Tahan [jam]	Fraksi Volume [%]			
		Fe_2O_3	CaFe_4O_7	$\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$	$\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$
800	3	78,71	2,91	10,37	8,01
900	3	79,73	4,42	8,75	7,1
1000	3	78,37	3,73	9,62	8,28

Tabel 2.
Hasil Perhitungan Fraksi Volume Variasi Waktu Tahan Campuran Fe_2O_3
dengan CaCO_3 Perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12

Suhu [°C]	Waktu Tahan [jam]	Fraksi Volume [%]			
		Fe_2O_3	CaFe_4O_7	$\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$	$\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$
800	3	78,71	2,91	10,37	8,01
800	6	82,07	1,91	9,45	6,57
800	9	83,61	1,95	8,71	5,73

Tabel 3.
Hasil Perhitungan Fraksi Volume Campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3
Perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6

Suhu [°C]	Waktu Tahan [jam]	Fraksi Volume [%]			
		Fe_2O_3	CaFe_4O_7	$\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$	$\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$
800	3	-	28,81	46,62	24,57
900	3	52,82	11,64	21,41	14,13
1000	3	52,67	14,76	13,44	19,13

Pada Gambar 4, pola XRD yang dihasilkan dari ketiga variasi suhu menunjukkan pola yang hampir sama. Dari ketiga pola tersebut, puncak Fe_2O_3 lebih dominan dari pada fase Ca-Fe-O (CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$), yang membedakan dari ketiganya hanya terdapat pada tinggi dan lebar puncaknya. Seiring dengan pemberian suhu makin tinggi, tinggi puncak semakin tinggi, baik puncak Fe_2O_3 dan Ca-Fe-O. Berdasarkan hal tersebut, dapat diindikasikan bahwa terjadi pertumbuhan kristalisasi pada tiap kenaikan suhu yang diberikan pada sampel. Hasil persentase untuk ketiga pola XRD tersebut tidak jauh berbeda. Namun, ada hal menarik yaitu dari pemanasan pada 800°C, 900°C dan 1000°C masing-masing selama 3 jam, persentase fase Ca-Fe-O paling kecil terjadi pada pemberian panas 900°C.

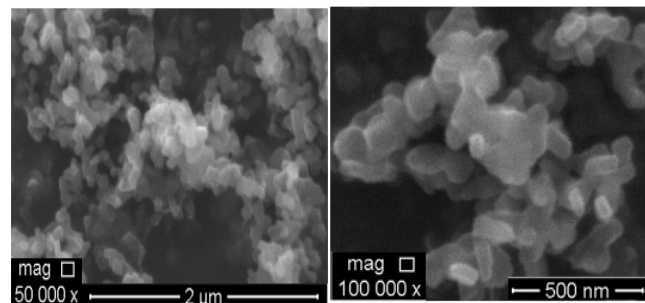
Pada Tabel 1 di atas, kenaikan dan penurunan fase Ca-Fe-O ini dapat dilihat dengan melihat persentase dari fase Fe_2O_3 . Total persentase Ca-Fe-O turun pada pemanasan 900°C dan naik kembali pada pemanasan 1000°C. Hal ini dimungkinkan karena pertumbuhan puncak-puncak Ca-Fe-O mulai terlihat pada pemanasan 900°C. Namun pada keadaan ini, puncak Fe_2O_3 juga mengalami pertumbuhan. Fe_2O_3 yang pada dasarnya terbentuk pada range suhu 800°C hingga 900°C, pada penelitian campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3 ini, fase Fe_2O_3 bisa dikatakan berada pada kondisi paling dominan pada pemanasan 900°C. Hal ini juga terjadi pada hasil perhitungan persentase variasi waktu tahan campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3 dengan perbandingan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 12

dan persentase campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3 dengan perbandingan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dimana fase Fe_2O_3 mendominasi pada pemanasan 900°C yang ditunjukkan pada Tabel 3.

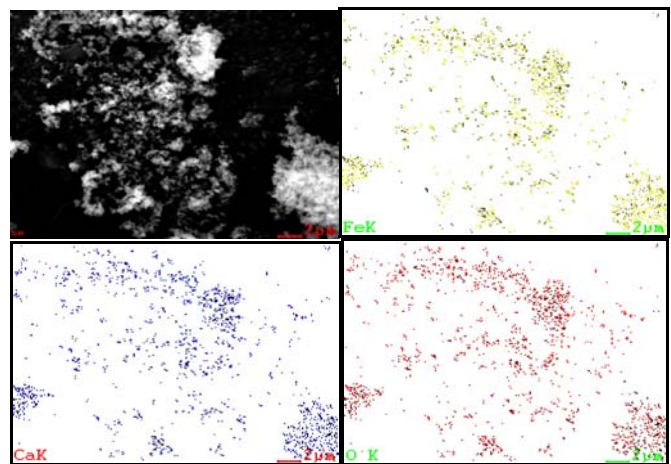
Pada Gambar 5, pola XRD yang dihasilkan dari ketiga variasi suhu menunjukkan pola yang sama. Dari ketiga pola tersebut, puncak Fe_2O_3 lebih dominan dari pada Ca-Fe-O hampir sama dengan pola XRD pada Gambar 4. Namun, dari ketiganya, tidak ada pertumbuhan puncak baru layaknya pada pola XRD 900°C pada Gambar 4.

Pada gambar 6, pemanasan 800°C menunjukkan fase Ca-Fe-O paling besar dibanding dengan pada pemanasan 900°C dan 1000°C. Hal ini disebabkan pertumbuhan fase Fe_2O_3 mulai dominan pada suhu 900°C. Pada pola difraksi untuk campuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3 tanpa pemanasan, terlihat puncak-puncak didominasi dengan bakal puncak dari Ca-Fe-O. Hal tersebut mengidentifikasi bahwa Ca-Fe-O telah tumbuh dan dimungkinkan terbentuk pada suhu rendah. Hal ini sesuai dengan kurva DTA/TGA dimana terjadi endotermik pada suhu $\pm 625^\circ\text{C}$ kurva DTA yang tidak diikuti dengan perubahan kurva TGA.

Pada sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800°C menghasilkan 100% fase Ca-Fe-O yaitu fase CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$. Dari ketiga jenis fase Ca-Fe-O yang dihasilkan, fase $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$ lebih dominan dari fase Ca-Fe-O yang lain. Berdasarkan hasil tersebut, pencampuran Fe_2O_3 dengan CaCO_3 dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 cenderung membentuk fase $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$.



Gambar. 7. Hasil SEM sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800°C selama 3 jam.



Gambar. 8. Hasil SEM-EDX sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800°C selama 3 dan distribusi unsur Ca, Fe dan O.

Tabel 4.

Hasil EDX persentase unsur sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800 °C selama 3 jam

Element	Wt%	At%
O	48,78	74,04
Ca	9,93	6,02
Fe	37,02	16,10
Matrix	Correction	ZAF

Fase-fase Ca-Fe-O yang terbentuk pada sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800 °C adalah CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$ dengan total sesuai rumus kimianya yaitu 7 unsur Ca, 27 unsur Fe dan 45 unsur O. Secara umum perbandingan unsur berdasarkan hasil XRD Ca:Fe:O adalah 1:3,85:6,4. Tabel 4.7 menunjukkan hasil EDX dari sampel perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 dengan pemanasan 800 °C. Berdasarkan hasil tersebut, perbandingan Ca:Fe:O adalah 6,06:16,10:74,04 atau jika disederhanakan adalah 1:2,67:12,29. Perbandingan analisa hasil XRD dengan analisa hasil uji EDX memiliki selisih yang cukup jauh. Hal ini bisa jadi dikarenakan pada identifikasi puncak XRD, terdapat beberapa puncak yang sesuai dengan fase CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, atau $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$. Namun, untuk hasil gambar EDX, distribusi unsur Ca, Fe dan O sesuai dengan hasil XRD dimana pada sampel ini, fase yang terbentuk adalah 100% Ca-Fe-O. Distribusi unsur Ca, Fe dan O. Terlihat pada gambar, unsur Ca, Fe dan O teramati terdistribusi merata. Hal ini membuktikan bahwa sampel yang dihasilkan adalah 100% Ca-Fe-O.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil disimpulkan bahwa fase Kalsium Ferit (CaFe_4O_7 , $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$) dapat disintesis dengan metode pencampuran basah menggunakan batu kapur Desa Dahor, Kecamatan Grabagan, Tuban dan pasir basi pantai Jolosutro, Desa Ringen Rejo, Kecamatan Wates, Blitar. Fase terbesar Kalsium Ferit dengan perbandingan mol $\text{Fe}^{3+}/\text{Ca}^{2+}$ 6 didapatkan pada pemanasan 800 °C selama 3 jam yaitu fase sekunder Ca-Fe-O terbentuk 100% dengan 28,81% CaFe_4O_7 , 24,57% $\text{Ca}_2\text{Fe}_9\text{O}_{13}$, dan 46,62% $\text{Ca}_4\text{Fe}_{14}\text{O}_{25}$.

Pada tahap pemanasan, perlu dianalisa fenomena yang akan terjadi apabila dipanaskan pada suhu rendah mengingat semakin menurunnya fase sekunder Ca-Fe-O seiring dengan kenaikan suhu yang diberikan. Pada penelitian berikutnya, perlu dianalisa dan difokuskan pada salah satu dari fase Ca-Fe-O, baik mengenai proses terbentuknya dan variabel-variabel yang mempengaruhinya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arifani M. 2012. *Identifikasi dan Karakterisasi Pasir Besi di Pantai Selatan Kabupaten Blitar*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Indonesia..
- [2] Billah A. 2006. *Pembuatan Dan Karakterisasi Magnet Stronsium Ferit Dengan Bahan Dasar Pasir Besi*. Sripsi. Universitas Negeri Semarang. Semarang, Indonesia.
- [3] Jotania, dkk. 2007. *Synthesis and Magnetic Properties of Barium–Calcium Hexaferrite Particles Prepared by Sol–Gel and Microemulsion*

Techniques. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320 (2008) 1095–1101. Gujarat, India.

- [4] Hesham I. Saleh. 2003. *Synthesis and Formation Mechanism of Calcium Ferrite Compuonds*. Journal Material Science and Technology. Vol 20 no. 5. Egypt.
- [5] WANG Yi-ci, ZHANG Jian-liang, et al. 2011. *Formation Characteristics of Calcium Ferrite in Low Silicon Sinter*. Journal of Iron and Steel Research, International. China.
- [6] Emily Asenath-Smith, Indunil N. Lokuhewa, D. Edwards. 2010. *p-Type thermoelectric properties of the oxygen-deficient perovskite $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ in the brownmillerite structure*. Journal of Solid State Chemistry 183. USA.